JP2001-338757

# **Partial Translation**

[0005] [Means to solve the problems]

Ì

This invention is such that in a method of manufacturing an electroluminescence element comprising a transparent substrate on which a first electrode, an organic EL layer, and a second electrode are formed in this order, the organic EL layer is formed by the electro-deposition method. According to this invention, since the organic EL layer is formed by the electro-deposition method, there is improved efficiency in the use of the materials for forming the organic EL layer. Also, an organic film can be formed uniformly over a large area.

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2001-338757/ (P2001-338757A)

(43)公開日 平成13年12月7日(2001.12.7)

| (51) Int.Cl.' | 識別記号  | F I     | テーマコート*(参考) |
|---------------|-------|---------|-------------|
| H05B          | 33/10 | H05B 33 |             |
|               | 33/14 | 33,     | B/14 B      |
|               | 33/22 | 33,     | 1/22 D      |

# 審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 4 頁)

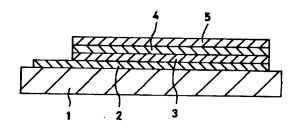
| (21)出顧番号 | 特顧2000-159371(P2000-159371) | (71)出顧人 000001443                       |
|----------|-----------------------------|---|
| <b>4</b> |                             | カシオ計算機株式会社/                             |
| 22) 出顧日  | 平成12年 5 月30日 (2000. 5. 30)  | 東京都渋谷区本町1丁目6番2号                         |
|          |                             | (72)発明者 岡田 修                            |
|          |                             | 東京都八王子市石川町2951番地の5 カシ                   |
|          |                             | 才計算機株式会社八王子研究所内                         |
|          |                             | (74)代理人 100073221                       |
|          |                             | <b>弁理士 花輪 義男</b>                        |
|          |                             | Fターム(参考) 3K007 AB18 CA01 CA05 CB01 CB03 |
|          |                             | DB03 EB00 FA01                          |
|          |                             |   |
|          |                             |   |
|          |                             |   |

# (54) 【発明の名称】 電界発光素子の製造方法

### (57)【要約】

【課題】 有機EL層を備えた電界発光素子において、 有機EL層を形成するための材料の利用効率を良くし、 また大面積に均一な有機膜を形成することができるよう にする。

【解決手段】 透明基板1上にはアノード電極2、正孔輸送層3、発光層4 およびカソード電極5が設けられている。この場合、正孔輸送層3 および発光層4 は電着法により形成されている。したがって、蒸着法により形成する場合と比較して、正孔輸送層3 および発光層4を形成するための材料の利用効率を良くすることができ、また大面積に均一な有機膜を形成することができる。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 透明基板上に第1電極、有機EL層および第2電極がこの順で形成された電界発光素子の製造方法において、前記有機EL層を電着法により形成することを特徴とする電界発光素子の製造方法。

【請求項2】 請求項1 に記載の発明において、前記有 機EL層は、電着法により形成された正孔輸送層と、そ の上に電着法により形成された発光層とからなることを 特徴とする電界発光素子の製造方法。

【請求項3】 請求項2に記載の発明において、前記正 10 孔輸送層を、イオン性保護コロイドで分散された導電性 正孔輸送層材料により形成することを特徴とする電界発 光素子の製造方法。

【請求項4】 請求項3に記載の発明において、前記導電性正孔輸送層材料は導電性高分子であることを特徴とする電界発光素子の製造方法。

【請求項5】 請求項2に記載の発明において、前記発 光層を、発光層材料を界面活性剤によりミセル化してな るものによって形成することを特徴とする電界発光素子 の製造方法。

【請求項6】 請求項5に記載の発明において、前記発 光層をミセル電解法により形成することを特徴とする電 界発光素子の製造方法。

# 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】この発明は、有機EL(エレクトロルミネッセンス)層を備えた電界発光素子の製造方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】有機EL層を備えた電界発光素子は、自 30 己発光を行うため視野角が広く、固体素子であるため耐 衝撃性に優れ、直流低電圧駆動素子を実現するものとし て注目を集めている。しかしながら、このような有機E L層を備えた電界発光素子では、無機薄膜素子(有機分 散型無機EL素子)、例えばZnS:Mn系の無機薄膜 素子に比較して、長期保存信頼性(寿命)に欠ける等の 実用化を阻む問題点を有していた。

【0003】ところが、近年では、2層型構造(正孔翰送層と発光層)の開発と発光層にレーザ色素をドービングすることにより発光効率が改善され、素子駆動時の半減寿命も1万時間を越える報告がなされている。この場合、電界発光素子は、透明基板上に第1電極、正孔翰送層、発光層および第2電極をこの順で形成した構造となっている。

### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の このような電界発光素子を製造する場合、正孔輸送層お よび発光層の材料をるつぼ等に入れ加熱して蒸着させる 蒸着法により形成しているので、正孔輸送層および発光 層を形成するための材料の利用効率が悪く、コスト高に 50

なってしまう。また、蒸着法では、大面積に均一な有機 膜を形成することが困難であり、電界発光素子の大型化 に限界がある。この発明は、有機EL層を形成するため の材料の利用効率を良くし、また大面積に均一な有機膜 を形成することができるようにすることである。

# [0005]

[課題を解決するための手段] この発明は、透明基板上 に第1電極、有機EL層および第2電極がこの順で形成 された電界発光素子の製造方法において、前記有機EL 層を電着法により形成するようにしたものである。この 発明によれば、有機EL層を電着法により形成している ので、蒸着法により形成する場合と比較して、有機EL 層を形成するための材料の利用効率を良くすることができ、また大面積に均一な有機膜を形成することができる。

## [0006]

【発明の実施の形態】次に、この発明の一実施形態における電界発光素子の製造方法について、図1を参照して説明する。まず、透明基板1を用意する。透明基板1 20 は、ポリエステル、ポリアクリレート、ポリカーボネート、ポリスルホン、ポリエーテルケトン等の樹脂やガラス等からなっている。

【0007】次に、透明基板1の上面にアノード電極2を形成する。アノード電極2は、A1、Au、Ag、Mg、Ni、Zn、V、In、Sn等の単体、ITOのようなこれらの単体から選択された化合物、または金属フィラーを含む導電性接着剤等からなり、その光透過率は80%以上であることが望ましい。アノード電極2の形成は、スパッタリング法、イオンプレーティング法、蒸着法等が好ましいが、スピンコート法、グラビアコート法、ナイフコート法等のコート法、スクリーン印刷法、フレキソ印刷法等の印刷法等であってもよい。この実施形態の場合、スパッタリング法により、ITOを厚さ2000人となるように形成した。

【0008】次に、アノード電極2を含む透明基板1の上面に正孔輸送層3を形成する。この場合、正孔輸送層3の材料として、まず、ポリアクリル酸をアンモニウム塩に水溶化し、具体的には純水100g中に、ポリアクリル酸(アルドリッチ社製の分子量200程度)を5wt%と25%アンモニア水(和光純薬社製)を10wt%溶かし込み、ヒーターを用いて温度80℃で3時間撹拌し、粘性のある溶液を得た。次に、この溶液中に、保護コロイドとして、水に不溶性なモノマー、例えばチオフェン計算体、具体的には3、4-エチレンジオキシチオフェン1gと3-メチルチオフェン0.5gを入れ、ホモミキサーにてミキシングし、プレエマルジョン化してなる溶液を得た。

[0009]次に、この溶液中に、硫酸鉄、過硫酸物等の酸化剤を入れてパール重合し、具体的には純水20g中に過硫酸アンモニウム2gを溶かし込んだものを入

3

れ、次いで温度75℃で6時間加熱し、続いて温度90℃で1時間加熱し、0.1~10wt%(固形分濃度)の透明な溶液を得た。次に、この溶液中に、乾燥調整剤IPA(関東化学社製のELグレード)3%とァーグリシドキシブロビルトリメトキシシラン(東レ・ダウコーニング・シリコン社製のSH6040)0.05gを加し、さらに純水300gを入れ、これにより正孔輸送層形成用の電着液を得た。そして、透明基板1をこの電利を確認とはより、電着法により、透明基板1のアノード電極2上に厚さ0.01~1μmとなるように電着し、次いで加熱を爆器にて温度60~200℃の範囲で1分~2時間乾燥し、正孔輸送層3を形成した。

【0010】とのように、ボリアクリル酸をアンモニウム塩に水溶化し、保護コロイドとして水に不溶性のモノマーを分散し、パール重合することにより、正孔輸送層形成用の電着液(正孔性高分子材分散体)を得ている。この場合、保護コロイドがアニオン性を有することにより、液中での電気泳動性を付与することができる。この結果、上述の如く、電着法により正孔輸送層3を形成することができる。また、正孔輸送層3はボリチオフェンで構成されるので、導電性を帯びることになる。この結果、次に説明するように、正孔輸送層3の上面に発光層4を電着法により形成することが可能となる。

【0011】次に、正孔輸送層3の上面に発光層4を形 成する。この場合、発光層4の材料として、まず、チオ フェン並びにチオフェン単量体と共重合可能な単量体で 構成される構造のポリマーを、具体的にはRGB (赤、 緑、青) 発光するパラフェニレン誘導体とチオフェン誘 導体共重合体をボールミルにて粉砕し、平均径が0.0  $5\sim0$ .  $2\mu m$  (好ましくは0.  $05\sim0$ .  $1\mu m$ ) に 30 分級した、水に不溶性の発光性高分子分散体微粒子を得 た。次に、この発光性高分子分散体微粒子を界面活性剤 にてミセル化し、具体的には発光性高分子分散体微粒子 200mgに対し、界面活性剤を混ぜ合わせた水溶液、 具体的にはフェロセニルウンデシルポリオキシエチレン エーテル(同仁化学社製のFerrocenyl-PE G) 5 m モルー 0. 2 M L i B r 水溶液を 5 0 m l 添加 し、撹拌し、これにより発光層形成用の電着液を得た。 次に、この電着液を用いた電着法(ミセル分解法)によ り、厚さ0.01~1μmとなるように正孔輸送層3上 40 に電着し、発光層4を形成した。

【0012】このように、発光層4を形成する場合、水に不溶性の発光性高分子分散体微粒子を界面活性剤にてミセル化し、ミセル分解法により、すなわち、ミセル内部に可溶化している発光層材料が正孔輸送層3上に沈着することにより、電着しているので、水に不溶性の発光性高分子を電着して、発光層4を形成することができる。

【0013】ことで、上記界面活性剤は、アニオン・カチオン・ノニオン系等のイオン系界面活性剤である。ア 50

ニオン性界面活性剤としては、脂肪酸塩、アルキル硫酸 エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸 エステル塩、アルキルアリル硫酸エステル塩、アルキル でンゼンスルフォン酸塩、アルキルナフタレンスルフォン酸塩、アルキルジフェニルエーテルジスルフォン酸塩、アルキルリン酸塩、アルキルリン酸塩、アルキルリン酸塩、アルキルアリン酸塩、アルキルアシロ酸・カーボー では、アルキルアミン塩、フェロセニルアルキルアン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、フェロセニルアルキルアン性界面活性剤としては、フェロセニルアルキルボリオキシエウム塩、第4級アンモニウム塩である。ノニオン性界面活性剤としては、フェロセニルアルキルボリオキシエカム塩、第4級アンモニウム塩である。ノニオン性界面活性剤としては、フェロセニルアルキルボリオキシエチレンエーテルである。いずれにしても上記界面活性剤は極性を有しているため電気泳動性に優れ、電着法に適している。

【0014】次に、発光層4の上面等にカソード電極5を形成する。カソード電極4は、発光層4に電子注入を効果的に行うことができる仕事関数値の低い金属、好ましくは、Ca、Mg、Sn、In、Al、Ag、Li、希土類等の単体、またはこれらの単体から選択された合金等からなっている。

【0015】以上のように、正孔輸送層3および発光層4を電着法により形成しているので、蒸着法により形成する場合と比較して、正孔輸送層3および発光層4を形成するための材料の利用効率を良くすることができ、ひいてはコストを低減することができる。また、電着法では、蒸着法と比較して、大面積に均一な有機腹を形成することができ、ひいては電界発光素子を大型化することができる。さらに、発光層4の材料としてRGB発光するパラフェニレン誘導体等を用いることができるので、この発明を加法混色白色パックライト、RGBフルカラー表示素子、CMYフルカラー表示素子等に適用することができる。

#### [0016]

【発明の効果】以上説明したように、この発明によれば、有機EL層を電着法により形成しているので、蒸着法により形成する場合と比較して、有機EL層を形成するための材料の利用効率を良くすることができ、ひいてはコストを低減することができ、また大面積に均一な有機膜を形成することができ、ひいては電界発光素子を大型化することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の一実施形態における電界発光素子の 製造方法を説明するために示す断面図。

#### 【符号の説明】

- 1 透明基板
- 2 アノード電極
- 3 正孔輸送層
- 4 発光層
- 5 カソード電極

特開2001-338757

(4)

[図1]

